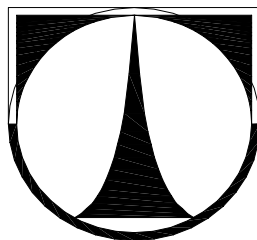


TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI



FAKULTA STROJNÍ
KATEDRA MATERIÁLU

Studijní program: B2341 Strojírenství
Studijní obor: 3911R018 Materiály a technologie
Zaměření: Materiálové inženýrství

**Vliv podmínek kryogenního tepelného zpracování na strukturu a
vlastnosti nástrojové oceli**

**Effect of cryogenic heat treatment conditions on the structure and
properties of tool steel**

KMT – B – 199

Martin Pelc

Vedoucí práce: Ing. Adam Hotař Ph.D.
Konzultant: Ing. Petr Svoboda –ŠKODA AUTO a.s.

Počet stran: 33
Počet tabulek: 3
Počet obrázků: 10

Datum 15. 5. 2012

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím bakalářské práce a konzultantem.

Datum

Podpis

Poděkování

Tímto bych rád poděkoval panu Ing. Adamu Hotařovi Ph.D. a panu Ing. Václavu Kubíčkovi za cenné připomínky a rady týkající se zpracování a obsahu bakalářské práce.

Dále bych rád poděkoval panu Ing. Petru Svobodovi z podniku ŠKODA- AUTO a.s. za pohotové zaslání potřebných dat a získávání souvisejících informací.

Anotace

Bakalářská práce se zabývá problematikou kryogenního tepelného zpracování. Součástí práce je experiment, v němž bylo zkoumáno 8 vzorků. U každého vzorku byly zjištěny základní mechanické vlastnosti a na optickém mikroskopu byl pořízen snímek struktury. Výsledkem bylo porovnání jednotlivých vzorků z hlediska teploty zmrazování, časové prodlevy a stability procesu.

Klíčová slova

nástrojová ocel; kryogenní tepelné zpracování; mechanické vlastnosti; struktura

Annotation

Bachelor work is dealing up with issues of cryogenic heat treatment. Part of the work is experiment in which were been examined 8 samples. On every samples was detected basic mechanical properties and picture of structure was created on optical microscope. Result was comparing individual samples in terms of temperature of freezing, time delay on this temperature and process stability.

Keywords

tool steel; cryogenic heat treatment; mechanical properties; structure

OBSAH:

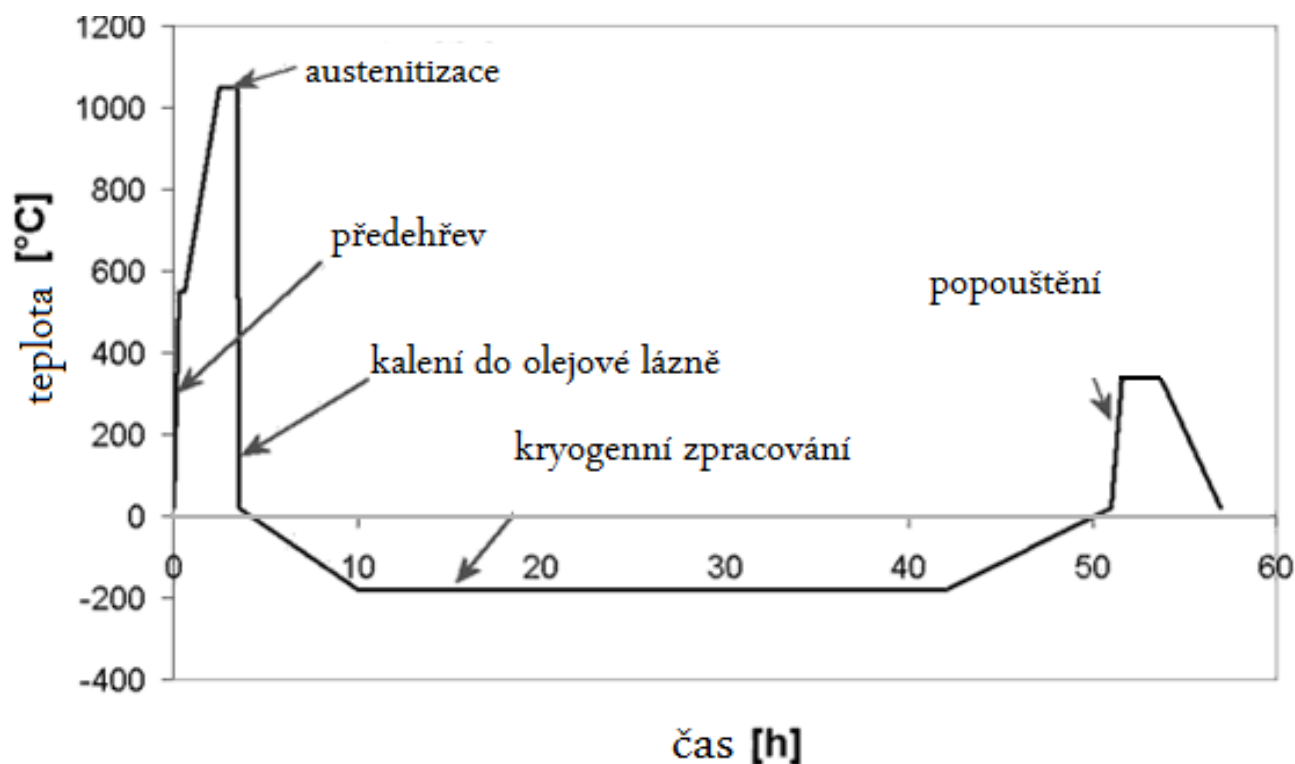
1. Úvod do tepelného zpracování.....	6
1.1 Využití kryogenního procesu v tepelném zpracování.....	6
1.1.1 Ohřev.....	7
1.1.2 Kalení.....	7
1.1.3 Kryogenní fáze.....	8
1.1.4 Popouštění.....	8
2. Strukturní fáze v tepelném zpracování ocelí.....	9
3. Austenitizace a přeměny austenitu.....	10
3.1 Austenitizace.....	10
3.2 Perlitická přeměna.....	11
3.3 Martenzitická přeměna.....	11
3.4 Bainitická přeměna.....	12
4. Nástrojové oceli.....	13
4.1 Vlastnosti nástrojových ocelí.....	13
4.2 Druhy nástrojových ocelí.....	14
4.2.1 Nástrojové oceli uhlíkové(nelegované).....	14
4.2.2 Nástrojové oceli legované.....	15
4.3 Legující prvky.....	15
4.3.1 Cr-Chrom.....	15
4.3.2 Mo-Molybden.....	16
4.3.3 Si-křemík.....	16
4.3.4 V- Vanad.....	16
5. Teorie kryogenní techniky.....	17
5.1 Kryogenní kapaliny.....	17
5.2 Kryogenní zpracování v praxi.....	19
6. Experimentální část.....	20
6.1 Kalící vakuová pec WMU.....	23
6.2 Mechanické zkoušky.....	24
6.3 Příprava metalografických vzorků a strukturní šetření.....	25
6.4 Diskuse a porovnání vzorků.....	30
7.Závěr.....	32
8.Použitá literatura.....	33

1. Úvod do tepelného zpracování

Ocel je nejrozšířenějším a nejuniverzálnějším kovovým materiálem ve strojírenské výrobě. To je dáno tím, že vlastnosti oceli lze měnit poměrně jednoduše v širokém rozsahu. Tyto změny se provádí pomocí tepelného, chemickotepelného popř. termomechanického zpracování ale také legováním. Všechny uvedené postupy se využívají zpravidla pro zlepšení určitých vlastností oceli popř. zlepšení technologie výroby součástí. Nejčastěji se zvyšuje pevnost, toho lze dosáhnout několika způsoby a nejjednodušším z nich je přímé kalení. Pro dodržení požadovaných vlastností a bezpečnosti součástí je potřeba provést několik takovýchto operací. K tomu slouží tzv. cyklus tepelného zpracování. Jsou to jednotlivé operace poskládané v přesném časovém sledu, jejichž výsledkem by měla být součást s optimálními parametry. Například po zmíněném kalení se vždy používá popouštění, aby se odstranilo vnitřní pnutí, rozpadl zbytkový austenit a stabilizovala se struktura materiálu. Kdyby se popouštění neprovedlo tak by součást byla křehká a při namáhání by došlo k deformaci a následně k popraskání. Mezi základní části cyklu tepelného zpracování řadíme kalení, žíhání, popouštění popř. kryogenní zpracování.

1.1 Využití kryogenního procesu v tepelném zpracování

Každá z částí tepelného zpracování má přesně stanovený postup. Liší se hlavně teplotami a časy jednotlivých operací. Kryogenní zpracování se zařazuje zpravidla pro snížení obsahu zbytkového austenitu případně pro zlepšení některé vlastnosti jako je například otěruvzdornost. Příklad cyklu tepelného zpracování je ukázán na obrázku 1.



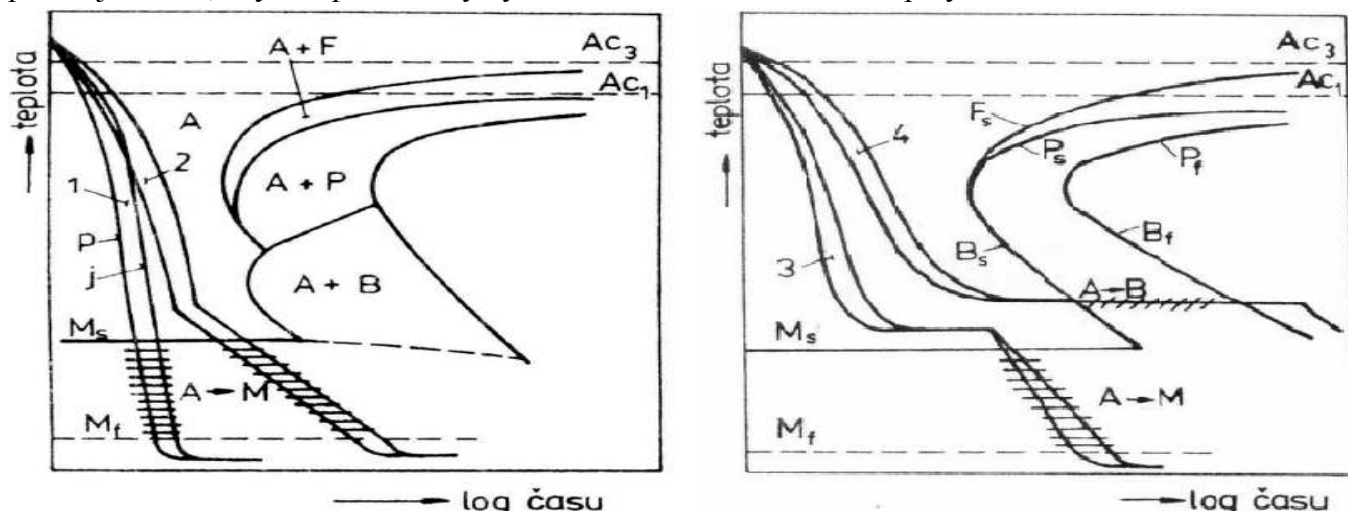
obr. 1 příklad cyklu tepelného zpracování s použitím kryogenního procesu

1.1.1 Ohřev

Při ohřívání součásti na austenitizační teplotu volíme co nejvyšší rychlost ohřevu. Tato rychlost je však limitována vznikem velkých vnitřních pnutí případnou tvarovou komplikovaností ohřívané součásti. Tepelná pnutí vznikající při ohřevu dělíme dvou skupin a to na tepelná pnutí a strukturní pnutí. Tepelná pnutí jsou založena na rozdílu teplot povrchu a jádra součásti, toto pnutí se vyrovnává deformacemi součásti. Málo tvárné oceli a oceli s malou tepelnou vodivostí mohou praskat a tyto praskliny mají černý zoxidovaný povrch, součást je takovouto prasklinou znehodnocena. Strukturní pnutí jsou způsobena rozdílným koeficientem lineární roztažnosti jednotlivých fází obsažených v oceli. Například austenit má skoro dvojnásobnou lineární roztažnost než ferit [1]. Aby se předešlo vzniku velkých pnutí, využívá se u ocelí náchylných na vznik prasklin, tzv. stupňovitý ohřev. Například se součást nejprve ohřeje na teplotu cca 600°C a po vyrovnání teplot povrchu a jádra se dále ohřívá na kalicí teplotu. Pro ohřívání součástí se nejčastěji využívají indukční pece.

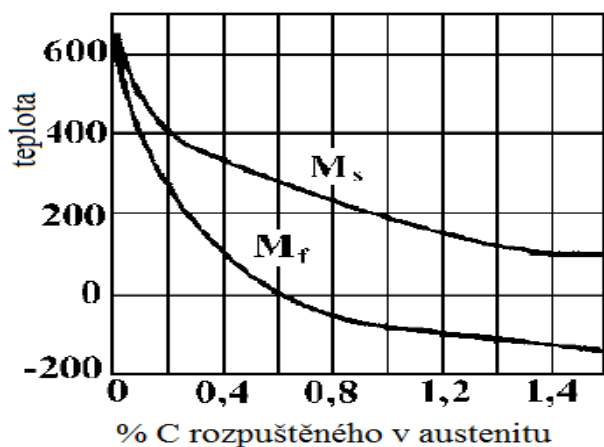
1.1.2 Kalení

Kalením se rozumí cyklus od ohřevu součásti do oblasti austenitu, přes následnou výdrž na této teplotě a ochlazení vzduchem, olejem, vodou nebo jiným médiem. Účelem kalení je dosáhnout nerovnovážného stavu, to jest dosáhnout tvrdé martenzitické nebo bainitické struktury v celém průřezu kalené součásti a tím zvýšené pevnosti materiálu. Této struktury lze dosáhnout různým typem kalení např. přímé, lomené či izotermické [4]. Základní způsoby kalení jsou zobrazeny na obr. 2. Způsob ochlazování závisí především na druhu kalené oceli, rozměrech a tvaru kalené součásti. Pokud chceme dosáhnout martenzitické struktury, je třeba chladit rychlostí větší než je rychlost kritická pro danou ocel. Tuto rychlost lze vyčíst z ARA diagramu. Je třeba brát ohled i na tvar a velikost součástí. U uhlíkových ocelí se tenkostěnné a drobné součásti s výhodou kalí do oleje. Rozměrnější a tvarově jednoduché součásti se kalí do vody. Některé vysoce slitinové oceli tzv. samokalitelné, se kalí na dmychaném vzduchu. Způsob ponořování kaleného předmětu do ochlazovací lázně ve značné míře ovlivňuje deformace a tvrdost po kalení. Při kalení do vody se musí zamáčení provést rychle a energickým pohybem ve vodě se musí stále rozbíjet parní polštář, který se kolem předmětu tvoří. Pohyb ochlazovacího prostředí se však nesmí provádět stlačeným vzduchem, protože zvyšuje stabilitu parního polštáře. Předměty se při kalení do vody, oleje a solných lázní ponořují ve směru podélné osy. Vždy zamáčíme hmotnější stranu předmětu. Předměty s jednostranně otevřenými dutinami ponořujeme tak, aby vstup do dutiny byl nahoře a umožňoval odchod páry.



1.1.3 Kryogenní zpracování

S rostoucím obsahem uhlíku a slitinových prvků v oceli se snižuje teplota M_s (martenzit start) a M_f (martenzit finish) viz obr 3. Je-li poloha M_f pod teplotou 0°C zůstává ve struktuře větší množství zbytkového austenitu. Austenit snižuje tvrdost a při pozdější přeměně způsobuje značné vnitřní pnutí a tím i deformace hotových výrobků a vznik trhlin. Nejběžnějším způsobem odstranění zbytkového austenitu je popouštění. U výrobků, u nichž se požaduje vysoká tvrdost a rozměrová stálost je nutné využít kryogenní zpracování (zmrazování). Zmrazování se provádí ihned po kalení, viz obr. 1, je-li ocel ponechána po delší dobu na teplotě okolí, dochází ke stabilizaci austenitu [3]. Pro dosažení nejnižších teplot kryogenního zpracování se využívá tekutého kyslíku (-183°C) nebo tekutého dusíku (-196°C). Při zmrazování je důležité, aby došlo ke zmražení celého objemu součásti, přibližná doba mražení je cca 1 hodina / 1 cm průřezu součásti. Přímé ochlazení kleného předmětu z austenitizační teploty ve zmrazovací lázni je spojeno se vznikem značných pnutí a kromě toho mají zmrazovací lázně malou ochlazovací účinnost při vyšších teplotách výrobku. To je způsobeno vznikem parního polštáře kolem kalené součásti. Při přímém zmrazování, je také vysoká spotřeba mrazicích medií. To vše je důvodem proč se v provozu tento způsob zmrazování nevyužívá. Daleko účinnějším postupem je tzv. plynulé zmrazování v intervalu teplot martenzitické přeměny. Zde se kalený předmět z austenitizační teploty ochladí na teplotu M_s například v solné lázni nebo v oleji. Z této teploty je následně součást zmrazena pod teplotu M_f . Součást se nechá mrazit dokud nedojde k zamražení celého průřezu. Následně je řízeně ohřívána na pokojovou teplotu. Po dosažení této teploty je nezbytné nutné zařadit popouštění.



obr 3. závislost teplot M_s a M_f na obsahu C

1.1.4 Popouštění

Po kalení popř. zmrazování, v součásti zůstává vnitřní pnutí a vzniklá martenzitická struktura je nestabilní. Je proto nutné ihned provést popouštění. To je doprovázeno změnami mechanických vlastností a strukturními změnami. První stupeň této přeměny je změna tetragonální mřížky martenzitu v kubickou. Změna probíhá při ohřevu asi do 200°C . Při dalším ohřevu na 200°C až na 330°C se martenzit rozpadá na ferit, který si zachovává tvar jehlic a cementit v podobě velmi jemných útvarů. V této teplotní oblasti dochází k transformaci zbytkového austenitu na dolní bainit. Tvrdost a křehkost znatelně klesají. Při vyšším ohřevu se postupně ztrácí charakter původních jehlic, cementit hrubne a je stejnoměrně rozptýlen v základní hmotě feritu. Tuto strukturu zrnitého globulárního charakteru označujeme jako sorbit. Tvrdost se podstatně snižuje a vzrůstá houževnatost. Ohřev mezi 400°C až 650°C je velmi častý protože vede ke struktuře kdy poměr mezi pevností a houževnatostí je velmi příznivý. Po kryogenní fázi tepelného zpracování má význam pouze nízkoteplotní popouštění tzn. do teploty max. 300°C .

2. Strukturní fáze v tepelném zpracování ocelí

Strukturní fázi se rozumí jednotlivé složky tvořící strukturu výsledného materiálu. Například nadeutektoidní ocel je tvořena perliticko-cementitickou strukturou, tzn. tato ocel je za pokojové teploty tvořena perlitem a cementitem, případně nečistotami (síra, fosfor, atd.). Pokud však ocel ohřejeme na určitou teplotu, začnou se jednotlivé fáze přeměňovat v jiné. Tento proces nazýváme fázovou přeměnou. Strukturní fáze lze rozdělit na rovnovážné a na nerovnovážné. Rovnovážné se vyskytují za rovnovážných podmínek a fáze všech ocelí při všech teplotách nalezneme v Fe-Fe₃C diagramu. Nerovnovážné vznikají při dostatečně rychlém ochlazení a nalezneme je v diagramech IRA a ARA. Tyto fáze mají značný technický význam. Nejznámější nerovnovážnou složkou je martenzit, který oceli dodává výjimečnou pevnost a tvrdost.

-Austenit:

Tuhý roztok uhlíku v železe γ . Je stabilní v teplotním rozsahu 911 až 1392°C. Austenit může obsahovat až 2,11% uhlíku.

-Perlit:

Eutektoid metastabilní soustavy složený z feritu a cementitu. Podle způsobu krystalizace může mít různou morfologii : jemné či hrubé lamely , globule atd.. Morfologie určuje název perlitu např. lamelární perlit.

-Ferit:

Tuhý roztok uhlíku v železe α nebo δ . Ferit α je stabilní od teploty 911°C a ferit δ v rozmezí teplot 1392 až 1536°C. Ve feritu je maximální obsah uhlíku 0,10%. Ferit je měkký a tvárný.

-Cementit:

Je to karbid železa Fe₃C, intersticiální sloučenina. Podle způsobu krystalizace rozeznáváme 5 druhů cementitu.

-Primární cementit - Krystalizuje přímo z taveniny jako hrubé lupínky.

-Sekundární cementit - Krystalizuje po hranicích zrn austenitu.

-Terciární cementit - Vzniká vylučování po hranicích zrn feritu.

-Perlitický cementit - Vzniká při eutektoidní krystalizaci.

-Ledeburitický cementit - Vzniká z taveniny při eutektické krystalizaci.

-Ledeburit:

Je to eutektikum metastabilní soustavy, je tvořen směsí krystalů austenitu a cementitu .

-Martenzit:

Je to přesycený tuhý roztok uhlíku v železe α . Vzniká bezdifuzní přeměnou, při nadkritické rychlosti ochlazení.

-Bainit:

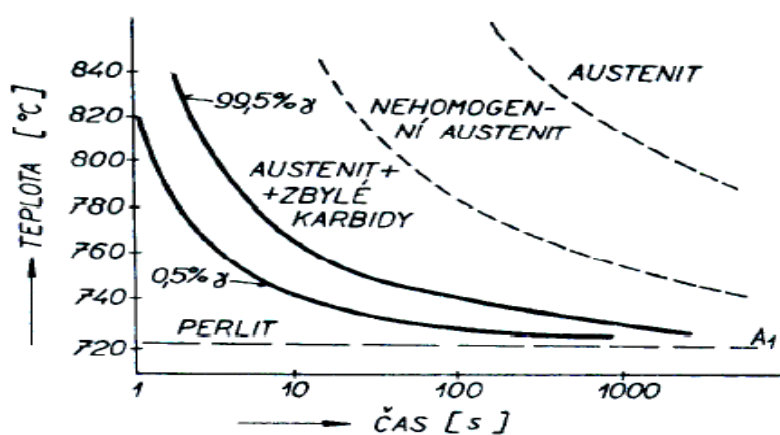
Je to nelamelární feriticko karbidická směs, vznikající z austenitu při potlačení substituční difuze. Rozlišujeme dva základní druhy bainitu a to horní bainit a dolní bainit.

3. Austenitizace a přeměny austenitu

Základem přeměn austenitu za rovnovážných podmínek ochlazování, je přeměna krychlové plošně středěné mřížky železa γ na mřížku prostorově středěnou, která je typická pro modifikaci železa α . Jelikož je rozpustnost uhlíku v železe α menší, vzniká ve struktuře cementit. Podle podmínek přeměny austenitu, které ovlivňuje především reakční teplota a rychlost ochlazování, se mění mechanismus přeměny [2]. Například perlitická přeměna probíhá za relativně vysokých teplot a je podmíněna difuzí železa i uhlíku. Při větším přechlazení austenitu dojde k potlačení difuze železa a substitučních přísad, proběhne pouze difuze uhlíku. Tento proces se nazývá bainitická přeměna. Při velmi vysokém přechlazení austenitu je potlačena i difuze uhlíku. Tím dochází k bezdifuzní martenzitické přeměně. U podeutektoidních ocelí mohou začínat přeměny austenitu již při velmi pomalém ochlazování vylučováním feritu. U nadeutektoidních ocelí může docházet při pomalém ochlazování k vylučováním sekundárního cementitu. Tyto přeměny se označují jako proeutektoidní.

3.1 Austenitizace

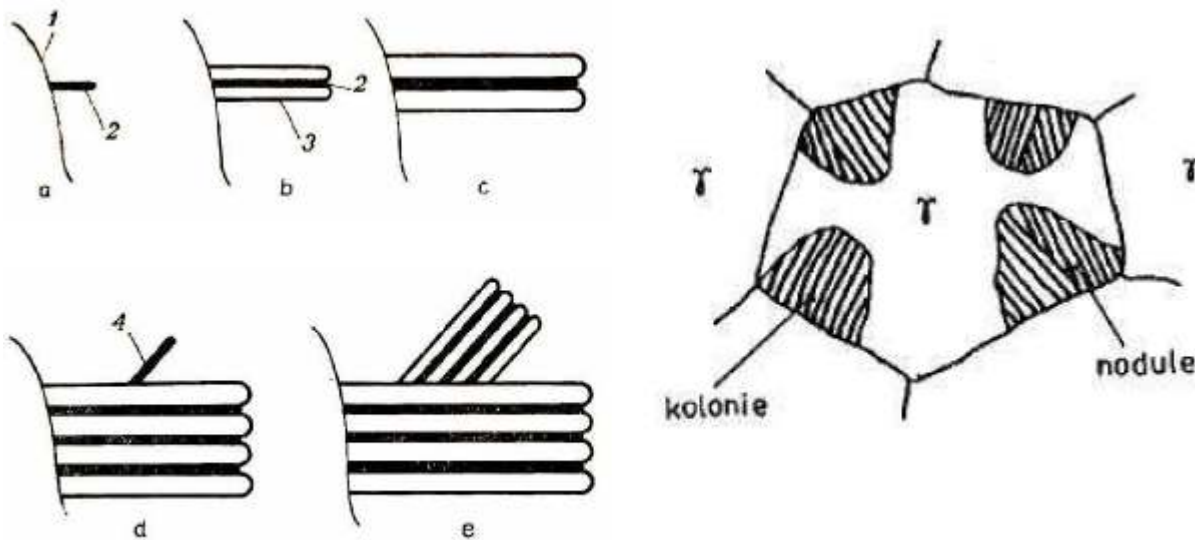
Austenitizace je přeměna feriticko – cementické struktury na strukturu austenitickou. Tato přeměna spočívá v ohřevu součásti do oblasti austenitu (tzn. nad teplotu A_{C3} podeutektoidní oceli, A_{C1} eutektoidní oceli, A_{Cm} nadeutektoidní oceli) a setrvání na této teplotě. V průběhu austenitizace jsou důležité dva pochody a to homogenizace austenitu a růst austenitického zrna [2]. U všech ocelí začíná austenitizace přeměnou perlitu na austenit a za ním následuje postupné rozpouštění feritu (oceli podeutektoidní) nebo cementitu (oceli nadeutektoidní) v austenit. Austenitická přeměna má čistě difuzní charakter a je založena na tvorbě zárodků austenitu a jejich dalším růstu. Zárodky austenitu vznikají ve feritu, množství tvořících se zárodků závisí na podmínkách ohřevu (výsledná teplota, rychlost ohřevu) na struktuře a chemickém složení oceli. Při volbě výsledné teploty je třeba brát ohled na oxidaci a oduhličení oceli ke kterému dochází cca od teploty 550°C . Pro správný průběh tepelného zpracování je důležité, aby došlo k úplné austenitizaci, tedy aby zpracovávaná součást byla tvořena homogenním austenitem v celém svém průřezu. Kinetiku austenitizace za izotermických podmínek přeměny, lze vyjádřit transformačním diagramem austenitizace tzv. austenitizační diagram viz obr. 4



obr.4 austenitizační diagram

3.2 Perlitická přeměna

Za rovnovážných podmínek vzniká čistě perlit z austenitu pouze při eutektoidní koncentraci uhlíku. Při vhodně rychlém ochlazování však může mít i podeutektoidní popř. nadeutektoidní ocel čistě perlitickou strukturu. Perlit je směs feritu a cementitu, tudíž je jeho růst podmíněn vznikem zárodků obou fází [4]. Nejčastěji se perlit v oceli objevuje v podobě lamel, z čehož je odvozen název lamelární perlit. Za předpokladu že vzniká 1. zárodek cementitu, který má vyšší obsah uhlíku než původní austenit. Je jeho vznik podmíněn difuzí uhlíku z okolního austenitu (5a). V austenitu se tím sníží koncentrace uhlíku, což přispívá k vzniku zárodku feritu, který má naopak od cementitu velice malý obsah uhlíku (5b,c). Při růstu feritického zárodku, dochází k obohacování okolního austenitu o uhlík a tím dojde k vytvoření nového zárodku cementitu (5d). Vzniklé zárodky feritu a cementitu rostou směrem kolmo od hranice zrn austenitu a tím vytvářejí tzv. kolonie. Skupina takovýchto kolonií je pak označována jako nodule. Perlitická přeměna má čistě difuzní charakter tudíž je pro její úplné dokončení potřeba dostatek času. Mechanismus perlitické přeměny je naznačen na obr. 6 kde je znázorněn postupný růst (a-e) a vznik jednotlivých fází (1-austenit, 2-cementit, 3-ferit)



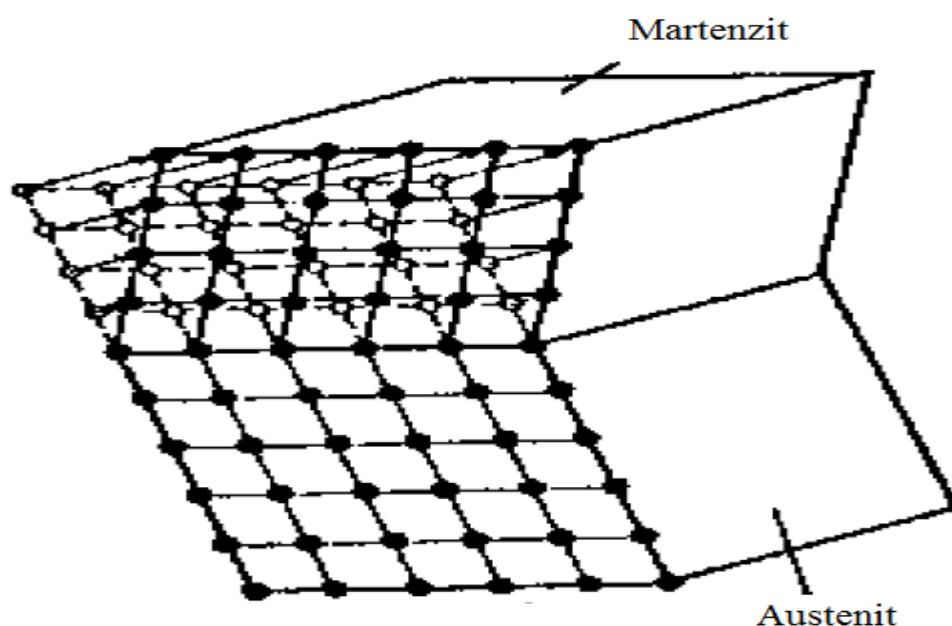
obr. 5 mechanismus perlitické přeměny

3.3 Martenzitická přeměna

Martenzitická přeměna probíhá při velmi rychlém ochlazování oceli z oblasti austenitu do oblasti mezi M_s a M_f . Tyto teploty jsou pro různé oceli odlišné a platí že se zvyšujícím se obsahem uhlíku hodnota těchto teplot klesá. U této přeměny je potlačena substituční i intersticiální difuze, k přeměně dochází skokově, tzv. stříhovým mechanismem viz obr. 6. Při tomto procesu se mění krystalová mřížka z kubické plošně středěné na mřížku tetragonální prostorově středěnou, odtud také název tetragonální martenzit [4]. Přesuny atomů při vzniku krystalů martenzitu jsou jen nepatrné. Atomy se posouvají vzhledem ke svým sousedům o vzdálenost kratší než je meziatomární. Při změně mřížky dochází ke změnám objemu (martenzit má větší měrný objem než austenit), tím je způsobeno značné pnutí, kterým je doprovázena martenzitická přeměna a tzv. dodatečná plastická deformace která se uskutečňuje buď skluzem nebo dvojčatěním. Touto dodatečnou deformací je tvořena vnitřní struktura martenzitu.

Podle její morfologie rozlišujeme dislokační (jehlicový, latkový) martenzit a dvojčatový (deskový) martenzit. Dislokační martenzit je pevnější ale méně houževnatý, dvojčatový je houževnatější ale méně pevný. Tetragonalita mřížky je ovlivněna především obsahem uhlíku s jeho rostoucím obsahem přibližně lineárně roste. Zvyšuje se tím také pevnost a tvrdost martenzitu.

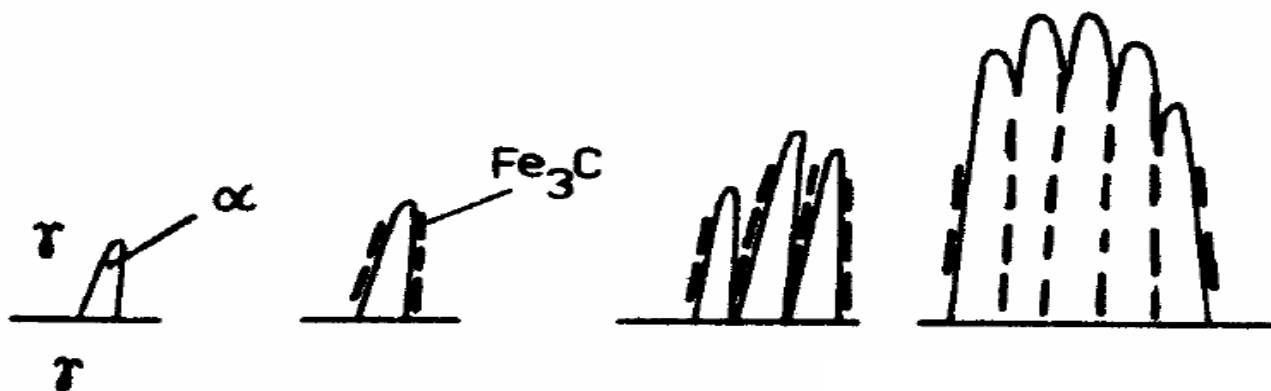
Podobně jako u perlitické přeměny, uskutečňuje se i martenzitická vznikem zárodků a jejich růstem. Rozdílem je však rychlost růstu zárodků, která je až 1000 m.s^{-1} . Růst krystalu martenzitu ustává, narazí-li jeho čelo na hranici zrna austenitu, precipitát nebo jinou martenzitickou jehlici. Čím je větší množství překážek, tím vznikne jemnější martenzit o příznivějších vlastnostech.



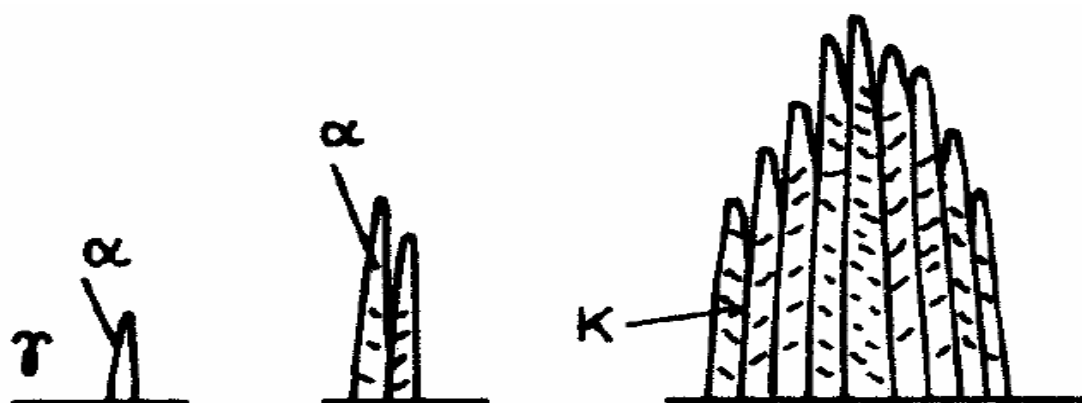
obr.6 schéma stříhového mechanismu

3.4 Bainitická přeměna

Při ochlazování austenitu v intervalu teplot 550°C až M_s , vzniká nelamelární feriticko karbidická směs označovaná jako bainit. Podstatou bainitické přeměny je transformace plošně středěné mřížky austenitu na prostorově středěnou mřížku feritu, změna rozložení uhlíku a vznik karbidické fáze. Při bainitické přeměně je potlačena substituční difuze, dochází tedy pouze k difuzi intersticiální. Svou povahou odpovídá bainitická přeměna částečně přeměně martenzitické a částečně přeměně perlitické. Mezi charakteristiky podobné martenzitické přeměně patří vznik povrchového reliéfu, který je doprovázen vznikem bainitického feritu, jehož morfologie může být desková, jehlicová, nebo latková. Mezi rysy perlitické přeměny patří malá rychlost růstu bainitického feritu a existence inkubační doby před začátkem bainitické přeměny. Struktura bainitu se výrazně mění s teplotou přeměny a s chemickým složením austenitu. Obvykle se rozlišují dva základní druhy horní bainit, jehož růst je naznačen na obr. 7 a) a dolní bainit který je znázorněn na obr. 7 b). Horní bainit vzniká v oblasti teplot vyšších než 350°C , dolní bainit v intervalu 350°C až M_s . K nukleaci horního i dolního bainitu dochází na hranicích zrn austenitu. Strukturu horního bainitu tvoří svazky hrubších jehlic bainitického feritu, s podélně uspořádanými částicemi cementitu které jsou vyloučeny hlavně na povrchu jehlic. Dolní bainit vznikající za nižších teplot, je tvořen tenkými deskami bainitického feritu, které obsahují velké množství jemných karbidů. Bainitická struktura nedosahuje takové tvrdosti jako martenzitická ale je výrazně houževnatější. V porovnání s perlitickou strukturou je bainit pevnější, ale méně houževnatý.



obr.7 a) Schéma růstu horního bainitu na hranici zrna austenitu



obr. 7 b) Schéma růstu dolního bainitu na hranici zrna austenitu

4. Nástrojové oceli

Výkonnost a spolehlivost nástrojů ve strojírenství závisí na mnoha parametrech. Nejdůležitějším z nich je volba materiálu nástroje. Dále pak druh mechanického namáhání, pracovní podmínky, geometrie nástroje a vlastnosti obráběného materiálu, především jeho obrobiteľnost. Podle účelu použití lze nástrojové oceli rozdělit do pěti základních skupin. Nástroje řezné, nástroje pro tváření za tepla a za studena, nástroje měřicí, nástroje pro tlakové lití kovů, pomocné nástroje a přípravky.

4.1 Vlastnosti nástrojových ocelí

Na vlastnosti nástrojů jsou podle jejich použití kladené určité požadavky. Mezi nejdůležitější vlastnosti patří tvrdost, houževnatost, odolnost proti popuštění, rozměrová stálost a otěruvzdornost.

-Tvrdost:

Tvrdost je vlastnost, vyjadřující odpor proti vnikání (zkušebního) tělesa do povrchu součásti.

Tvrdost je důležitá hlavně pro řezné nástroje. S obsahem uhlíku se tvrdost oceli zvyšuje přibližně do 1%C, dále zůstává tvrdost stejná. Narůstá však množství cementitu který zlepšuje řezivost a odolnost proti opotřebení. Zvýšení tvrdosti lze dosáhnout především tepelným, chemickotepelným popř. termomechanickým zpracováním. Další možností je legování karbidotvornými prvky zejména chromem, vanadem, wolframem a titanem.

Existují 3 nejznámější zkoušky měření tvrdosti: Zkouška podle Brinella, zkouška podle Vickerse a zkouška podle Rockvella.

-Houževnatost:

Houževnatost je o schopnost materiálu zůstat při ohýbání a nárazech vcelku bez tvorby trhlin. Houževnatost ocelí velmi závisí na chemickém složení, použitém tepelném zpracování, vnitřní struktuře a velikosti zrna a na množství obsažených nečistot. Pro houževnatost je typickým znakem anizotropie. Nejčastějším způsobem měření houževnatosti je zkouška podle Charpyho.

-Odolnost proti popuštění:

Tato vlastnost je rozhodující pro nástroje pracující při zvýšených teplotách, například je-li nástroj před použitím přehříván na určitou teplotu. Odolnost se posuzuje podle poklesu tvrdosti při dlouhodobém ohřevu na vyšší teploty. U uhlíkových ocelí klesá tvrdost již od 200°C, tuto hranici lze však zvýšit přidáním karbidotvorných prvků a kobaltu.

-Rozměrová stálost:

Tato vlastnost je důležitá pro měřidla, tvarové nástroje a pro tvářecí nástroje. Rozměrová nestálost je způsobena strukturními změnami, k nimž dochází vlivem teplotních změn při práci nástroje. Nejvíce ovlivňuje strukturní změny zbytkový austenit, jeho obsah se minimalizuje popouštěním nebo zmrazováním. Například kovací zápustka je před kováním přehřívána na teplotu kolem 200°C, pak dojde k vložení polotovaru o velmi vysoké teplotě cca 1100°C. Při všech těchto teplotních změnách je potřeba dodržet rozměrovou přesnost kovací zápustky a tím i výsledného výkovku.

-Otěruvzdornost:

Je to schopnost materiálu odolávat abrazi. Nejčastěji se tato vlastnost očekává od kovacích a lisovacích nástrojů, jelikož zde dochází k extrémnímu tření mezi tvářeným materiálem a nástrojem. Pro zlepšení otěruvzdornosti se využívá povrchových úprav jako je cementace nebo nitridace, vytváření otěruvzdorných povlaků a kryogenní zpracování. Pro zjištění otěruvzdornosti existuje mnoho testů, asi nejznámějším je tzv. Pin-on disc test. Principem zkoušky je vtlačování kuličky nebo válečku definovanou silou do měřeného vzorku, který je umístěn na rotujícím disku. Po uběhnutí určitého počtu cyklů se měří rozměry vytlačené drážky, z nichž je pak možné určit tzv. koeficient opotřebení.

4.2 Druhy nástrojových ocelí

Podle chemického složení dělíme nástrojové oceli na uhlíkové (nelegované) a legované. Všechny nástrojové oceli se vyrábějí z tříděných surovin, nejčastěji v elektrických obloukových pecích nebo indukčních pecích. Výjimkou jsou oceli vysokolegované, které se nejčastěji vyrábějí přetavováním ve vakuu [4]. U takovýchto ocelí se dosahuje vysoká čistota i homogenita. Jsou však znatelně dražší než běžné nástrojové oceli. Speciálním případem nástrojových ocelí jsou tzv. rychlořezné oceli, které si uchovávají své vlastnosti i za vysokých teplot kolem 600°C. Tyto oceli jsou nejčastěji legovány wolframem, chromem a vanadem a obsah karbidů ve struktuře bývá kolem 25%.

4.2.1 Nástrojové oceli uhlíkové (nelegované)

Do této skupiny patří oceli s obsahem uhlíku 0,6-1,6%. Uhlík obsažený ve struktuře určuje výsledné mechanické vlastnosti a strukturu těchto ocelí. Tyto oceli se používají pro méně namáhané nástroje, například pro ruční obrábění. Výhodou uhlíkových ocelí je relativně nízká cena při poměrně dobré tvrdosti ve srovnání s jinými nástrojovými materiály. Nevýhodou je však skutečnost, že se zvyšující se pracovní teplotou jejich tvrdost rychle klesá.

4.2.2 Nástrojové oceli legované

Prvním typem těchto ocelí jsou oceli nízkolegované, které jsou legovány karbidotvornými prvky, hlavně Cr, Mo, W, V, jejichž celkový obsah nepřesahuje 5%. Legováním těmito prvky se podstatně zvyšuje podíl karbidů ve struktuře. Zlepšuje se prokalitelnost a zvyšuje se tvrdost, která zůstává až do teplot kolem 300°C. Nástroje z těchto ocelí mají ve strojírenské výrobě velmi široké uplatnění. Využívají se na práci za studena, nástroje pro tažení či lisování a další. Druhým typem jsou oceli vysokolegované, zde celkový obsah legur překračuje 10%. Tyto oceli jsou velice tvrdé a velmi odolné proti opotřebení. Tudíž se tato ocel využívá například na kovací zápustky a stříhací nástroje.

4.3 Legující prvky

Legující neboli přísadové prvky se do ocelí přidávají v množství od setin procenta až do desítek procent. Těmito prvky se dosahuje specifických mechanických a fyzikálních vlastností nebo chemické odolnosti. Volba vhodných přísadových prvků se obvykle podřizuje požadavkům, které jsou na výslednou ocel kladeny. Nejčastějším požadavkem jsou zvýšení mechanických vlastností, především pevnosti a tvrdosti aniž by se výrazně měnila houževnatost. Dalším častým požadavkem je zlepšení fyzikálních vlastností například elektrických nebo magnetických. Legurami lze však ovlivnit i následující vlastnosti: otěruvzdornost, prokalitelnost, žárupevnost, korozivzdornost atd. Jako legující prvky se dnes využívají téměř všechny kovové prvky ale i řada nekovových. Nejčastější legury jsou chrom, mangan, nikl, křemík, molybden, wolfram, vanad, kobalt, titan, hliník, měď, niob, zirkonium, bor, dusík. Tyto prvky se různě kombinují, aby se dosáhlo co nejoptimálnějších vlastností. Kombinací dvou a více prvků vznikají binární, ternární, kvaternární popř. komplexní oceli. Jelikož experiment se týká nástrojové oceli EN 1.2343 (ČSN 19 552) legované chromem, molybdenem, křemíkem a vanadem, bude proto dále věnována pozornost těmto čtyřem legurám.

4.3.1 Cr-Chrom

Chrom je světle bílý lesklý, velmi tvrdý a zároveň křehký kov. Jeho hustota je 7150 kg/m³ a teplota tání činí 1907°C. Je to nejtvrdší elementární kov, který se vyznačuje velmi nízkou reaktivitou a vysokou chemickou odolností. Chrom se jako legující prvek používá v intervalu 0,3-30% obsahu.

U nízkolegovaných ocelí se chromu využívá především pro zvýšení prokalitelnosti [8] neboť chrom zvyšuje hodnotu teploty A₁. Toto zvýšení je však podmíněno rozpuštěním karbidů chromu při austenitizaci. Protože prokalitelnost zvyšuje pouze chrom dokonale rozpuštěný v austenitu. Pokud však zůstanou v austenitu nerozpuštěné karbidy, které působí jako krystalizační zárodky, prokalitelnost se tím snižuje. S tímto jevem je nutné počítat při stanovení kalící teploty, protože karbidy chromu se rozpouštějí až při vyšší teplotě. U vysoko legovaných ocelí se využívá chromu pro zlepšení korozivzdornosti a žáruvzdornosti. Korozivzdornost se projevuje přibližně od 12% obsahu Cr. Pokud však požadujeme bezpečně korozivzdornou ocel zvyšuje se podíl chromu až na 16-18% obsahu. Oceli s obsahem Cr vyšším než 25% označujeme jako žáruvzdorné chromové oceli.

4.3.2 Mo-Molybden

Molybden je stříbrný až šedý, tvrdý a křehký kov. Hustota Molybdenu je 9330kg/m^3 a jeho bod tání je 2623°C což je přibližně o 1100°C více než teplota tání železa. Je to chemicky velmi odolný prvek, za normální teploty reaguje pouze s fluorem [9], s dalšími prvky reaguje pouze za vyšších teplot. Jako legující prvek se molybden využívá v intervalu 0,1 - 10% obsahu. U nízkolegovaných ocelí se používá pro zvýšení popouštěcích teplot a k odstranění popouštěcí křehkosti. Vyšší obsah molybdenu pak zvyšuje kyselinovzdornost a korozivzdornost. Molybden se také používá k výrobě speciálních magnetických popř. rychložezných ocelí.

Molybden také snižuje začátek a konec martenzitické transformace [8]. Po zakalení zvyšuje stabilitu martenzitu tj. posouvá jeho rozpad k vyšším popouštěcím teplotám. Lze tedy takto legovanou ocel popouštět na vyšší teploty, aniž by docházelo k poklesu pevnosti a tvrdosti.

4.3.3 Si-křemík

Křemík je prvek, který se hojně vyskytuje v zemské kůře v podobě mnoha sloučenin, Čistý křemík se v přírodě nevyskytuje. Je to poměrně tvrdý polokov s vysokou afinitou ke kyslíku. Hustota křemíku je 2330kg/m^3 a bod tání 1415°C . Křemík patří do skupiny silně feritotvorných prvků. Rozpustnost křemíku ve feritu je při normální teplotě 14%, se zvyšující se teplotou však rozpustnost roste. Křemík netvoří v oceli karbidy, ale úplně se rozpouští ve feritu a tím zvyšuje jeho pevnost [8]. Pro legování se křemík využívá v intervalu 0,5 - 5% obsahu. Obsah křemíku do 0,5% není považován za leguru ale za dezoxidační přísadu. Používá se pro zlepšení žáruvzdornosti a odolnosti austenitických ocelí ve vysoce oxidačních prostředích. Obsah kolem 1% Si slouží zejména pro pružinové oceli pro zvýšení meze kluzu a meze pevnosti. Zhoršuje se však tvařitelnost ocelí a při vyšších teplotách způsobuje křemík rychlejší růst zrna. Dále se křemík využívá například pro zlepšení elektrické a tepelné vodivosti, permeability a magnetických vlastností.

Při popouštění posouvá křemík začátek rozpadu martenzitické transformace k vyšším teplotám podobně jako molybden. Rozpad zbytkového austenitu probíhá při vyšších teplotách než u nelegovaných ocelí.

4.3.4 V- Vanad

Vanad je tvrdý, šedo - bílý kov, který podobně jako křemík patří do skupiny silně feritotvorných prvků. Jeho hustota je 6110kg/m^3 a teplota tání činí 1915°C . Vanad je chemicky značně stálý, za normálních podmínek reaguje pouze s kyselinou fluorovodíkovou a s lučavkou královskou. Za zvýšené teploty však relativně snadno podléhá oxidaci. Karbidy vanadu mají vysokou tvrdost, pohybující se kolem 2500HV [8]. Vanad má jako legující prvek využití v intervalu 0,1-8% obsahu. Při nízkém obsahu vanadu se tvoří jemné globulární karbidy, které zpomalují růst zrna austenitu, tím dochází k zjemnění struktury ocele. Vliv vanadu na mechanické vlastnosti závisí především na teplotě austenitizace, neboť je rozhodující do jaké míry se vanad v austenitu rozpustí. Příklad vanadu se obvykle kombinuje s dalšími legujícími prvky jako např. W, Cr. Vyšší obsahy mají význam pro žárupevné oceli, pro oceli odolné proti vodíkové korozi popř. oceli na permanentní magnety.

5. Teorie kryogenní techniky

Kryogenika je obor, který se zabývá způsoby dosahování a udržování teplot pod -153°C a studiem procesů při těchto teplotách. Technika, metody a technologie používané v rozmezí od teploty okolí do teploty -153°C se řadí do oblasti běžného chlazení [5]. Dosahování teplot nižších než je tato hranice vyžaduje jiné postupy, jiná zařízení a především jiné pracovní látky. Technika používaná pro dosahování těchto teplot se označuje jako kryogenní technika.

Do oboru kryogenní techniky patří zejména návrh a optimalizace chladících postupů, vývoj, konstrukce a výroba zkapařovačů a rektifikačních systémů pro kapalný či plyný kyslík, dusík, argon, helium a jiné pracovní látky. Dále se zabývá vývojem transportních nádob, kontejnerů a potrubí pro přesun látek. Pracovní látky používané v kryogenní technice jako je například kyslík či dusík se nazývají kryokapaliny.

Dnes nachází kryogenika uplatnění téměř ve všech odvětvích vědy a průmyslu jako je například kosmonautika, elektrotechnika, energetika, strojírenství, telekomunikační technika, měřicí technika, biologie, lékařství, vakuová technika apod. To je důvodem, proč se dnes kryogenní technika velmi zdokonaluje. Důraz se klade především na co nejvyšší účinnost, dobrou ekonomii provozu a dlouhodobou spolehlivost zařízení.

5.1. Kryogenní kapaliny (kryokapaliny)

Podstatná většina látek používaných v kryogenních postupech je za normálních podmínek v plynném stavu. Dusík, kyslík, argon, neon, krypton, xenon a případně helium jsou produkty dělení vzduchu a v průmyslovém měřítku se převážně získávají metodou nízkoteplotní rektifikace. Ve vzduchu je však obsažena i řada jiných prvků, ty musejí být většinou odlučovány, aby neznečistovali získávané produkty. Použití látek v plynném a kapalném stavu pro kryogenní účely je závislé na jejich termofyzikálních vlastnostech. Použitelnost látek podle bodu varu za atmosférického tlaku je uvedena v tabulce 1.

LÁTKA	CHEM.OZNAČENÍ	TEPLOTA VARU [K]	TEPLOTA VARU[$^{\circ}\text{C}$]
Helium - 3	^3He	3,191	-269,959
Vodík	H_2	20,38	-252,77
Neon	Ne	27,09	-246,06
Dusík	N_2	77,35	-195,8
Vzduch	-	78,8	-194,35
Argon	Ar	87,29	-185,86
Kyslík	O_2	90,18	-182,97
Metan	CH_4	111,66	-161,49
Krypton	Kr	119,75	-153,4
Xenon	Xe	165,03	-108,12

tab. 1 rozdělení látek podle bodu varu za atmosférického tlaku

Jelikož je práce s kryokapalinami velmi nákladná, je důležité správně zvolit kapalinu, kterou použijeme jako chladicí medium. Podrobněji se tedy zmiňuji pouze o látkách, které mají, popř. mohou mít v oblasti tepelného zpracování význam. Patří sem především dusík, kyslík a vodík. Další dva plyny, jejichž kapalná fáze se dají používat v tepelném zpracování, jsou neon a helium. Jejich výroba je však značně dražší než například u tekutého dusíku, tudíž se dnes využívají spíše výjimečně například ve vědeckých experimentech.

Dusík

Dusík je hlavním prvkem zemské atmosféry cca 78%. Je to bezbarvý plyn bez zápachu, není chemicky aktivní ani jedovatý. Jeho kapalná podoba (kapalný dusík LN_2) se průmyslově vyrábí separací vzduchu [6]. Lze ho však vyrobit i laboratorně pomocí zkapařovače. Používání dusíku je poměrně bezpečné, je však důležité kontrolovat jeho čistotu a obsah oxidovatelných uhlovodíků. Výhodou dusíku je jeho relativně nízká cena.

Kyslík

Kyslík je druhou největší složkou atmosféry cca 21%. Je to bezbarvý plyn, velice reaktivní. Kapalný kyslík LO_2 je těžší než voda a je chemicky velmi aktivní. Při práci s ním je třeba dodržovat přísné bezpečnostní předpisy, ty jsou označovány jako tzv. kyslíková čistota (LOX Clean) [6]. Za teploty bodu varu LO_2 je sice rychlost většiny chemických procesů velmi nízká, ale za přítomnosti látek se kterými kyslík reaguje, stačí dodání jen velmi malého tepla, aby byla vyvolána exploze. Vyvíjí-li se rychle tepelná energie v malé oblasti, nestačí vodivost kapaliny k jejímu dostatečně rychlému odvedení. Tím dojde ke zvýšení lokální teploty, při níž probíhají chemické reakce rychleji, což vede k uvolňování tepla. Důsledkem je lavinovitý proces vedoucí až k samotné explozi. Energie může být dodána nárazem, mechanickým třením nebo i hydrodynamickým ohřevem při prudkém zpomalení kapaliny proudící ohybem potrubí. Je tedy potřeba zabránit styku LO_2 se všemi nebezpečnými, hlavně organickými látkami. Takže například nádoby na kyslík jsou před použitím opískovány, omývány kyselinou a následně větším množstvím čisté vody.

Vodík

Vodík je nejlehčí a nejjednodušší plynný chemický prvek, tvořící převážnou část hmoty ve vesmíru. Je to bezbarvý hořlavý plyn bez chuti a zápachu. Za normální teploty je vodík poměrně stálý ale při zahřátí se stává značně reaktivním. Při práci s vodíkem je třeba dbát na pečlivé dodržování bezpečnostních předpisů, protože se vzduchem vytváří výbušnou směs.

5.2. Kryogenní zpracování v praxi

Kryogenní zpracování se zpravidla do procesu tepelného zpracování zařazuje ze dvou důvodů. Jedním je odstranění zbytkového austenitu, a druhým zlepšení ořezuvzdornosti materiálu. Nejčastěji se zpracovávají nástrojové oceli, kde má zlepšování ořezuvzdornosti své opodstatnění. Účinek kryogenního zpracování je maximální, pokud se zmrazení provede ihned po kalení a pokud dojde k úplnému promražení součásti a zároveň se zachová předpoklad stejné teploty jádra i povrchu. Existuje několik pohledů na zmrazování ocelí a na to jaký dopad tento proces má na jejich výslednou mikrostrukturu a mechanické popř. fyzikální vlastnosti.

Prvním z nich je zaměřen na transformaci zbytkového austenitu. Jelikož nástrojové oceli zpravidla mají hodnotu M_f hluboko pod 0°C , je k odstranění zbytkového austenitu potřeba také patřičně nízká teplota zmrazování. Nikdy se však nepodaří odstranit všechny zbytkový austenit. Dříve se na zbytkový austenit obsažený ve struktuře po kalení popř. po zmrazování nahlíželo pouze jako na škodlivou složku materiálu, která zhoršuje jeho vlastnosti. Austenit má velikou teplotní roztažnost a proto mohou v součásti vznikat značná vnitřní pnutí. Dnešní výzkumy však dokazují, že zbytkový austenit obsažený v malém množství má pozitivní vliv na ořezuvzdornost a také pevnost materiálu[7].

Druhý pohled popisuje změny struktury, ke kterým dochází během kryogenního zpracování. Vše je založeno na změně mřížkových parametrů v tetragonální mřížce martenzitu vzniklé po kalení. Změnou mřížkových parametrů dojde ke zvýšení množství mřížkových poruch. Tyto poruchy představují místa pro přednostní nukleaci karbidů při ohřívání na pokojovou teplotu a následném popouštění. Výsledné rozložení karbidů je pak jemnější a více homogenní, což vede opět ke zvýšení ořezuvzdornosti.

Lze tedy konstatovat, že kryogenní zpracování zlepšuje odolnost proti ořezu a částečně transformuje zbytkový austenit na martenzit. Objem nepřetransformovaného zbytkového austenitu lze snížit následným popouštěním. To se provádí po ohřátí součásti z teploty zmrazování na pokojovou teplotu.

6.Experimentální část

Experiment byl zaměřen na zkoumání vlivu kryogenního zpracování na vlastnosti nástrojové oceli EN 1.2343 (ČSN 19 552), která se používá pro výrobu kovacíh zápustek pro klikové hřídele. Pro experiment dodala vzorky společnost Škoda Auto v podobě tyčí, které byly zpracovány jednotlivými způsoby kryogenního zpracování (viz tab. 2). V automobilce Škoda provedli cca 10 cyklů kryogenního zpracování, z nichž 7 bylo vybráno pro tento experiment. Zpracovávaly se 4 kusy kovacíh zápustek pro klikový hřídel dvoulitrového čtyřválcového motoru.

Každá zápustka má rozměry: výška 190[mm], šířka 280[mm] a délka 620 [mm]. Přibližná hmotnost zápustky je 250 kg.

Ke každé vsázce byl současně přidán i vzorek, na kterém byl následně prováděn experiment. Pro jednotlivé cykly byly nastaveny různé podmínky kryogenního zpracování např. teplota, nebo výdrž na kryogenní teplotě.

OZNAČENÍ VZORKU	TEPLOTA ZMRAZENÍ T_z	PRODLEVA NA TEPLOTĚ T_z	DATUM PROVEDENÍ
Referenční -R	bez zmrazení	ne	7.3.2011
Vzorek č. 2	-57°C	ne	17.2.2011
Vzorek č. 3	-119°C	ne	1.3.2011
Vzorek č. 4	-120°C	30 minut	15.5.2011
Vzorek č. 5	-120°C	30 minut	17.5.2011
Vzorek č. 6	-120°C	30 minut	29.6.2011
Vzorek č. 7	-120°C	30 minut	18.7.2011
Vzorek č. 12	-120°C	30 minut	7.9.2011

tab. 2 označení vzorků použitých pro experiment

pozn. Pro vzorky č. 7 a č. 12 platí nový předpis tvrdosti 49 ± 2 HRC

Pro ostatní vzorky platí předpis tvrdosti 46 ± 2 HRC

-Vzorky č. 4, č. 5, č. 6, č. 7 a č. 12. byly ohřáty postupným ohřevem ve třech stupních (650°C, 850°C, 1020°C) na kalící teplotu 1020°C. Pro počáteční ohřev a ochlazení (kalení) se používá plynná fáze dusíku, který je do pece dodáván z vysokokapacitního kontejneru. Z kalící teploty byly vzorky přímým kalením zakaleny proudícím dusíkem. Ihned po zakalení byl proveden kryogenní proces s teplotou zmrazování -120°C a prodlevou na této teplotě 30 minut. Pro kryogenní proces se používá tekutý dusík z tlakových lahví o objemu 500 l - 600 l. Na jedno zmrazení jsou potřeba 2-3 lahve. Doba zmrazování je určena okamžikem kdy teplota jádra vsázky dosáhne požadovaných -120°C. Po uplynutí prodlevy byla vsázka pomalým ohřevem ohřáta na pokojovou teplotu. Po dokončení tohoto ohřevu bylo provedeno dvojnásobné vysokoteplotní popouštění cca 590°C aby se dosáhlo požadovaného předpisu tvrdosti a zároveň došlo ke stabilizaci struktury. Tato stabilizace je důležitá z důvodu předehtřevu kovací zápustky. Ten se provádí před samotným kovacím procesem a předehtřivací teplota je 150°C.

Průběh tepelného zpracování je zaznamenán na tzv. měřícím diagramu. V něm jsou zobrazeny průběhy jednotlivých teplot v peci.

Příklady měřících diagramů vzorku se zmrazením a referenčního vzorku jsou na obr. 9 a obr. 10.

-Referenční vzorek byl zpracován stejně jako vzorky z výše uvedené skupiny. Nebylo však provedeno kryogenní zpracování.

-Vzorek č. 3 byl ohříván, zakalen a popuštěn stejným způsobem jako skupina vzorků č. (4, 5, 6, 7, 12) Výsledná teplota zmrazení však byla -119°C a nebyla provedena časová prodleva.

-Vzorek č. 2 prošel stejným cyklem tepelného zpracování jako vzorek č. 3. Rozdílná byla pouze teplota zmrazení, která je zde -57°C

-Legenda k obr. 9 a obr. 10:

Temperatur Boden - záznam teploty z termočlánku řídicího topné spirály podlahy komory

Temperatur Decke - záznam teploty z termočlánku řídicího topné spirály stropu komory

Temperatur Seite - záznam teploty z termočlánku řídicího topné spirály boků komory

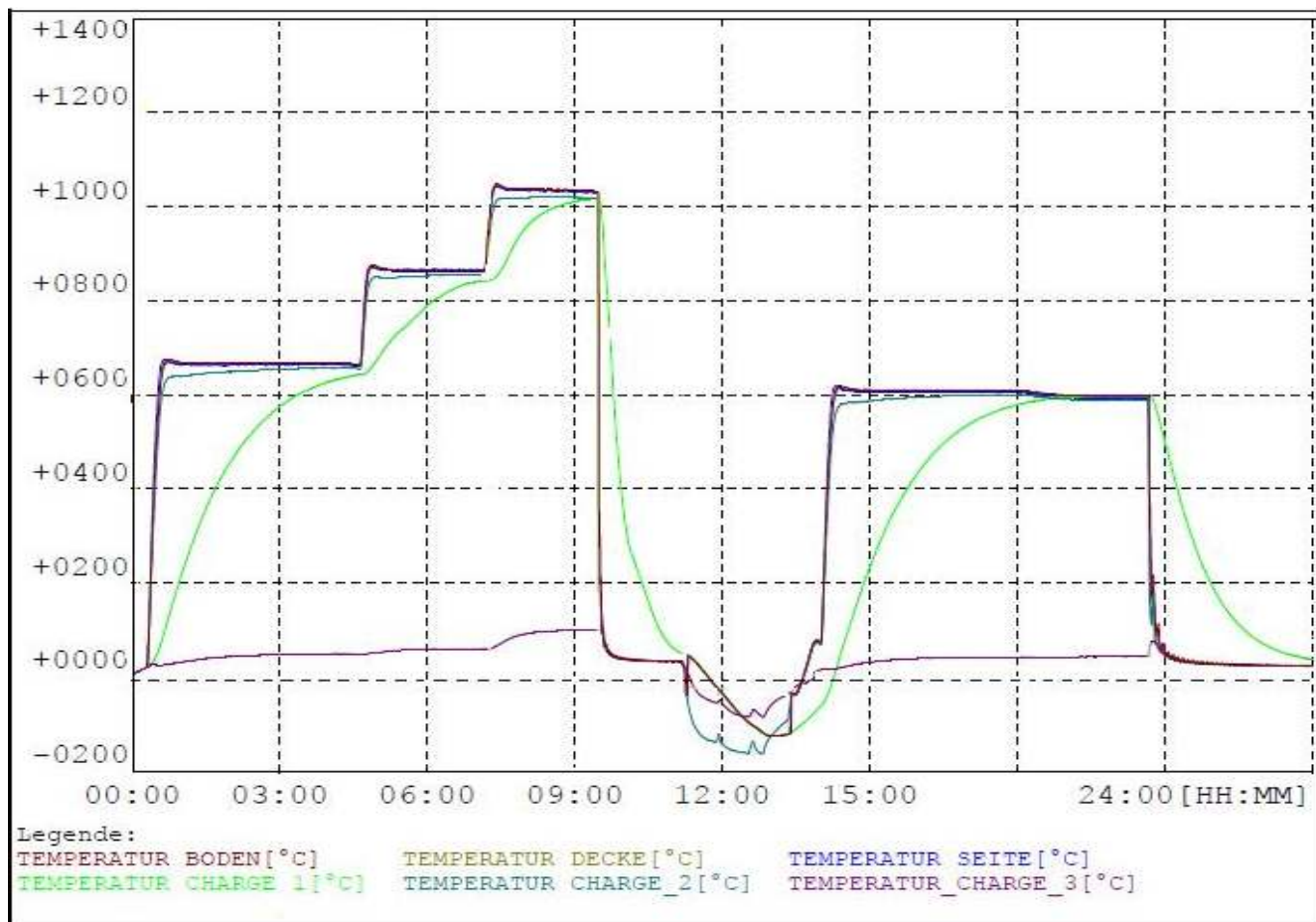
Pozice těchto termočlánků je stabilní a je daná konstrukcí pece.

Temperatur Charge 1 - záznam teploty z termočlánku v jádře vsázky

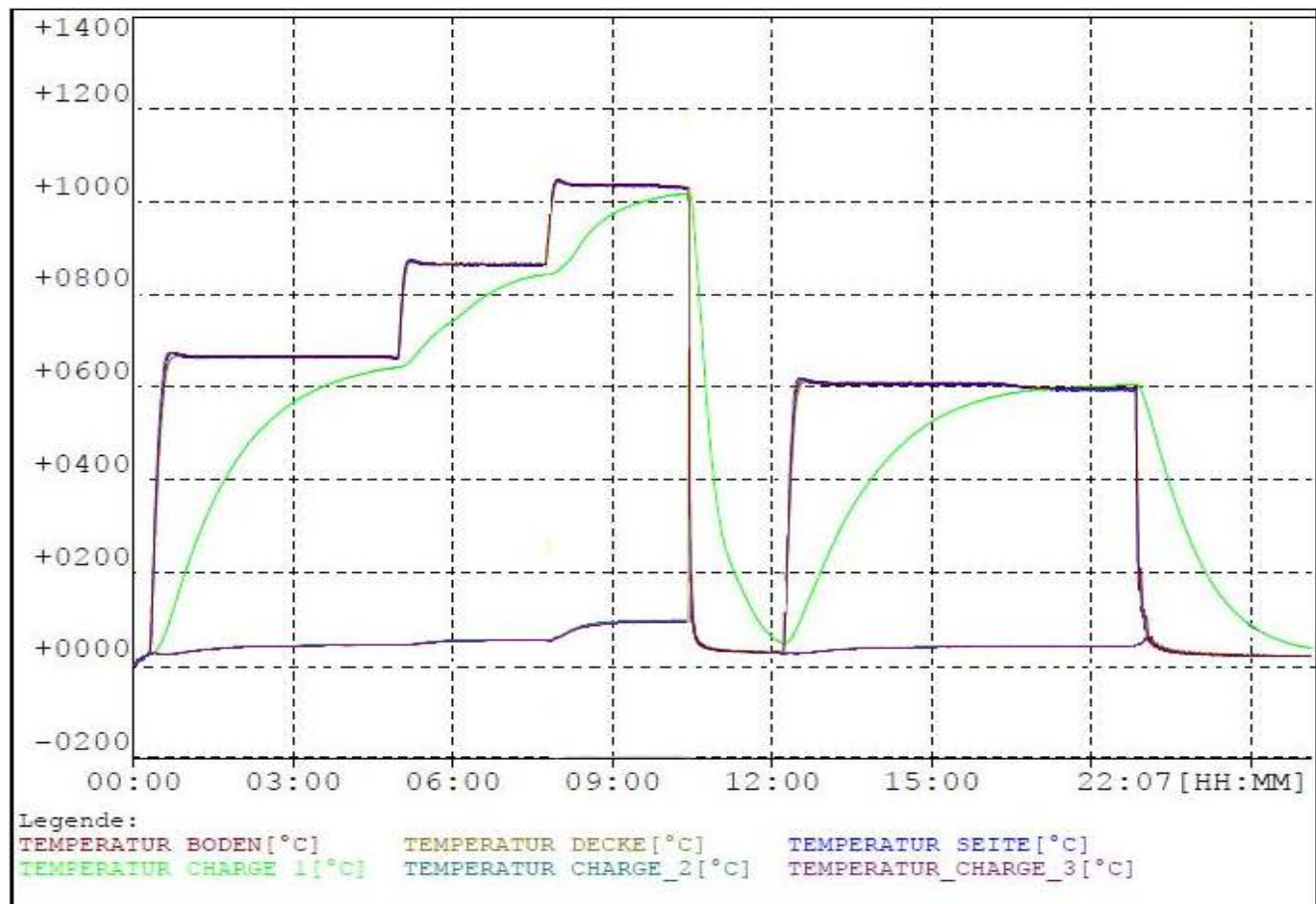
Temperatur Charge 2 - záznam teploty z termočlánku na povrchu vsázky

Temperatur Charge 3 - záznam teploty z třetího termočlánku vsázky (obvykle nezapojeno nebo kontrolně připojeno ke skřini/hřídeli konvekčního ventilátoru)

Tyto termočlánky zapojuje obsluha u každé vsázky před zahájením vlastního procesu.



obr. 9 měřicí diagram vzorku se zmrazením



obr. 10 měřicí diagram referenčního vzorku (bez zmrazení)

6.1. Kalící vakuová pec WMU

1. Užitečný prostor: Délka.....1200[mm]
Šířka.....800[mm]
Výška.....800[mm]
2. Objem pece..... 12,5[m³]
3. Maximální hmotnost vsázky.....1200 [kg]
4. Maximální teplota.....1350[°C]
5. Rozložení teploty v peci.....±5 [°C]
6. Jmenovité napětí.....400[V]
7. Ovládací napětí.....24[V]
8. výkon topení.....300[kW]
9. Topné okruhy.....3
10. Kontrolní zóny.....3
11. Ohřívací materiál.....grafit
12. Čerpací rychlost1000[m³/h]
13. výkon motoru čerpadla4 [kW]
14. Chladicí plynN₂
15. Čistota chladicího plynu.....99,996[%]
16. Průřez vodiče / tlak plynu..... 1712-15 [mm/bar]



obr. 8 vakuová pec WMU ve Škoda Auto

Pozn. objem pece 12,5 m³, není využitelný prostor pece. Jedná se o údaj k vnitřnímu objemu, který při kryogenním zpracování vyplní dusík (prostor topných tyčí, prostor za klapkami, prostor kolem chladiče dusíku, atd.).

Ve společnosti Škoda používají pro kryogenní zpracování vakuovou pec od firmy WMU. V této peci se provádí jak kalení, tak následné kryogenní zpracování i s ohřevem na pokojovou teplotu a následné první popuštění. Pak se vsázka přemísťuje do popouštěcí pece na druhé popř. třetí popuštění. Cyklus tepelného zpracování, který společnost používá, je založený především na zkušenostech obsluhy a na předpisech tvrdosti, kterou má zpracovaná zápusťka mít. Do budoucna by však měl být tento cyklus optimalizován dle výsledků z výzkumu kryogenního zpracování.

-WMU je horizontální vakuová pec, která umožňuje jak procesy různých způsobů kalení a popouštění, tak i použití kryogenního zpracování. Pec v podniku ŠkodaAuto je vybavena speciálním zařízením pro kryogenní proces. Toto zařízení se skládá z čerpací a měřicí jednotky, které pracují na automatickém programu. Další nezbytnou součástí je vakuové potrubí, které zajišťuje přenos chladicí kapaliny z tlakové nádoby do prostoru pece. Čerpací a měřicí jednotka je upevněna na rámu konstrukce pro snadný přístup a údržbu. Ventil tlakové nádoby se nachází mezi pecí a čerpací jednotkou a je hermeticky oddělen, aby se zabránilo přenosu vibrací.

Vše je založeno na vložení parametrů tepelného zpracování do řídicího systému pece. Potřebné údaje jsou jednotlivé časy ohřevů, chlazení popř. výdrží na různých teplotách. Dále je potřeba definovat jednotlivé teploty a použité látky. Všechny tyto údaje po navržnutí vloží programátor do programu, který pak probíhá zcela automaticky. Veškeré informace o aktuálních časech, teplotách a tlacích během cyklu se zobrazují na displeji.

6.2. Mechanické zkoušky

Na všech vzorcích byly provedeny následující mechanické zkoušky.

-Statická zkouška tahem:

Byla prováděna na stroji FP 100 Lab Test II. Výsledkem zkoušky byl tahový diagram, ze kterého jsem vyčetl mez pevnosti, mez kluzu a tažnost každého z měřených vzorků. Měření bylo provedeno u každého vzorku 2x.

-Zkouška vrubové houževnatosti podle Charpyho:

Tato zkouška byla prováděna Charpyho kladivem WPM (300J) na vzorcích o rozměrech 10x10x55[mm], na kterých byl vyroben vrub tvaru U o hloubce 5[mm]. Při zkoušce byla zjišťována velikost nárazové práce potřebné k přeražení vzorku a z této hodnoty se pak vypočetla hodnota vrubové houževnatosti KCU 5 [J/cm²]. Zkouška byla provedena vždy 3x a z naměřených výsledků byl stanoven aritmetický průměr.

-Zkouška tvrdosti podle Vickerse:

Zkouška byla prováděna na tvrdoměru Zwick 3212, se zátěžnou silou 1 kg po dobu 15 vteřin.

Úhlopříčky vtisku byly počítačově přeměřeny a z těchto údajů byla stanovena tvrdost vzorku. Na každém vzorku byla tvrdost měřena 3x a výsledná hodnota tvrdosti je opět aritmetickým průměrem. Výsledky všech mechanických zkoušek jsou uvedeny v tabulce 3.

Označení	Tvrdost HV	Vrubová houževnatost KCU 5 [J/cm ²]	Mez kluzu Rp _{0,2} [Mpa]	Mez pevnosti Rm [Mpa]	Tažnost [%]
Referenční vzorek	prům. 433	45,4	1295,95	1334,81	8,53
Vzorek č. 2	prům. 453	40,6	1362,01	1499,77	6,82
Vzorek č. 3	prům. 469	41,6	1356,82	1413,54	6,92
Vzorek č. 4	prům. 459	35,8	1309,95	1457,01	13,53
Vzorek č. 5	prům. 457	37,6	1286,76	1447,56	13,85
Vzorek č. 6	prům. 437	38,8	1254,13	1405,72	13,87
Vzorek č. 7	prům. 465	36,8	1362,63	1509,18	12,09
Vzorek č. 12	prům. 481	34,4	1296,84	1453,99	13,73

tab. 3 výsledky mechanických zkoušek

6.3. Příprava metalografických vzorků a strukturní šetření

Příprava metalografických výbrusů, byla prováděna běžným způsobem pro optickou mikroskopii. Prvním krokem bylo nařezání potřebně velkých vzorků. K tomu byla použita metalografická rozbrušovací pila Delta Abrasimet.

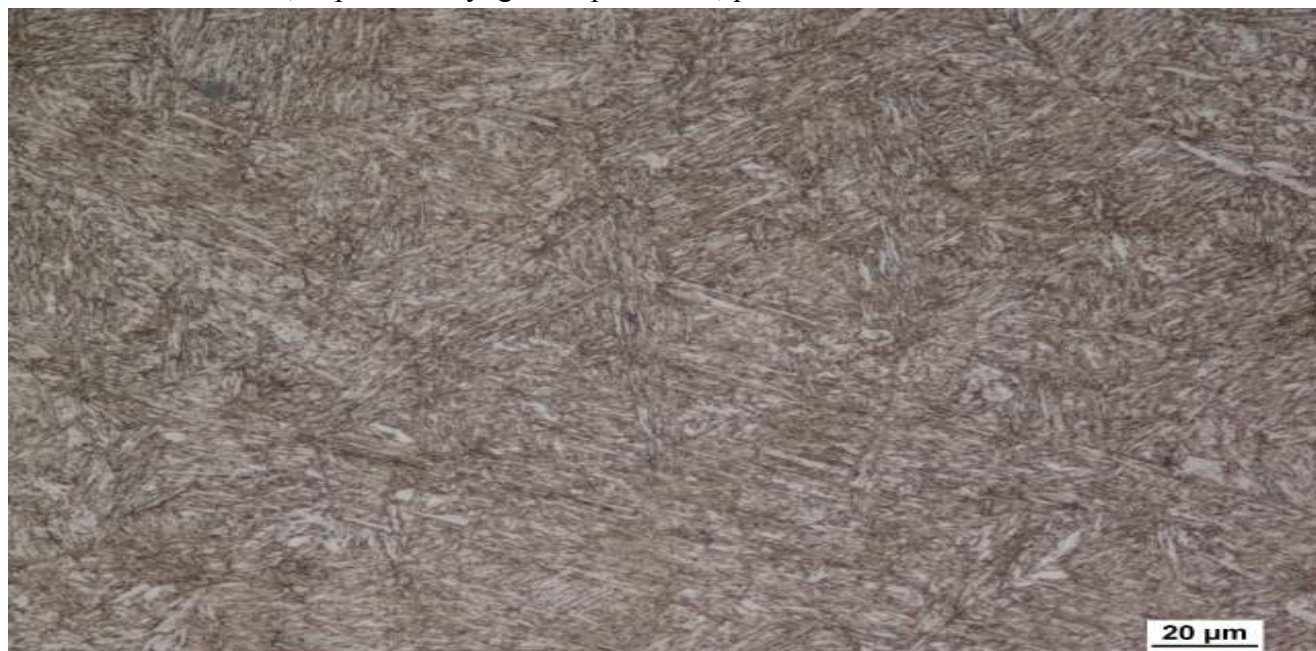
Tyto vzorky byly dále zalisovány na lisovacím stroji Buehler SimpliMet 1000. Tento stroj ohřeje pryskyřici na 150°C a tlakem zalisuje vzorek do pryskyřice. K zalisování byly použity dva druhy pryskyřice a to dentakryl (průhledný) a Epomet (černý). Po uběhnutí potřebného času cca 15 min, je vzorek chlazen vodou a po zchlazení je možné vzorek ze stroje vyjmout.

Zalisované vzorky byly dále broušeny a leštěny na automatické brusce Phoenix Beta. Zde se postupovalo dle tabulky, podle které se nastaví přítlak, otáčky a doba broušení. Dále je potřeba zvolit brusné popř. leštící papíry (podložky), které se na stroj fixují pomocí magnetu. Začíná se vždy od hrubších brusných papírů. V našem případě to byl papír „SiC 320“, zvolené otáčky

240-300 ot/min a chlazení vodou. Tímto papírem se brousí tak dlouho, dokud vzorek není dokonale zarovnaný. Dalším v pořadí byla podložka „herkules“, na kterou byla přidávána diamantová suspenze o velikosti zrn 9µm. Zde byly zvoleny otáčky 120-150 ot/min. Nebylo použito chlazení vodou a doba broušení byla 5 minut. Posledním brousícím kotoučem byl „trident“ s použitím diamantové suspenze o velikosti zrn 3 µm. Otáčky byly zvoleny stejné tedy 120-150 ot/min. Broušení probíhalo po dobu 5 minut bez chlazení vodou. Po ukončení broušení byl použit speciální leštící kotouč „chemomet“ spolu s leštící suspenzí „mastermet“. Vzorek byl leštěn při otáčkách 120-150ot/min bez chlazení vodou. Leštění probíhalo 2 min. a výsledkem byl zrcadlový lesk vzorku. Po ukončení leštění byl vzorek opláchnut vodou a následně lihem, aby se zabránilo korozi. Po vysušení byla struktura zvýrazněna naleptáním 2% nitalem .

Zkoumání připravených vzorků se provádělo na optickém mikroskopu Nikon EpiPhot 200, na kterém lze nastavit zvětšení 50x-1000x. Pro vyfotografování struktury bylo použito obrazové analýzy NIS Elements. Souhrn fotografií všech měřených vzorků, i s výčtem zjištěných mechanických vlastností, je uveden na dalších stranách.

R - referenční vzorek, nepoužito kryogenní zpracování, provedeno dne 7.3.2011



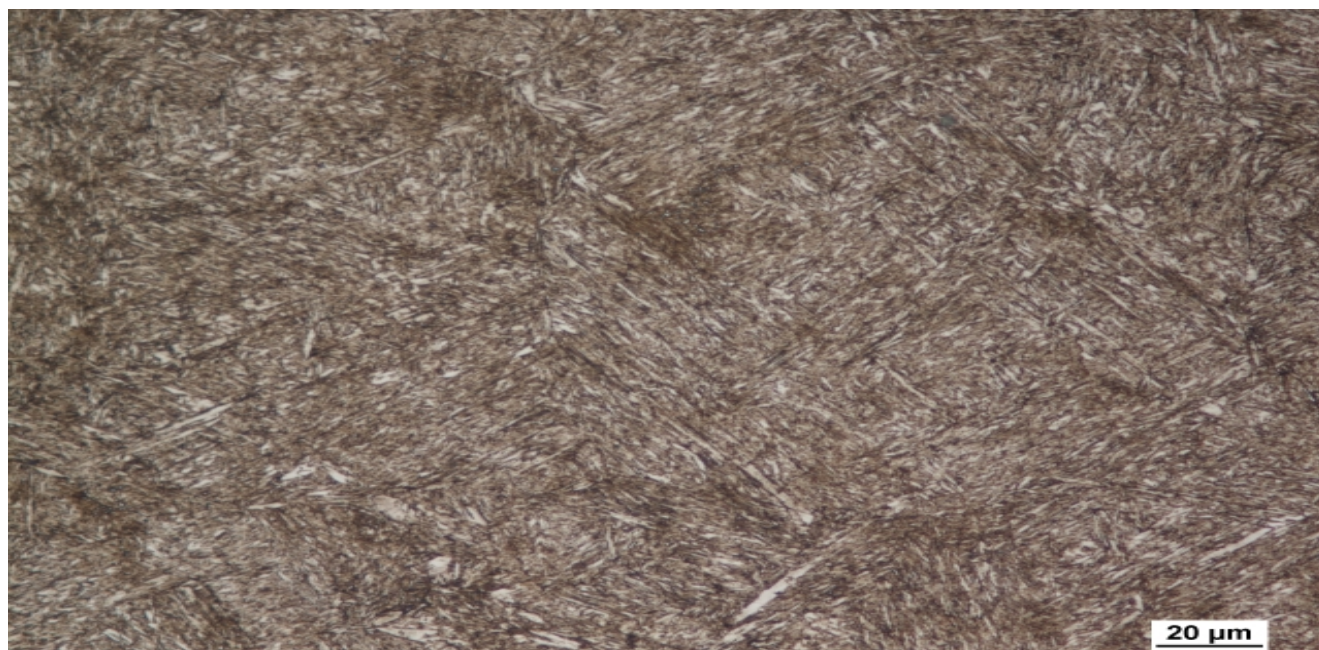
Označení	Tvrlost HV	Vrubová houževnatost KCU 5 [J/cm ²]	Mez kluzu Rp _{0,2} [Mpa]	Mez pevnosti Rm [Mpa]	Tažnost [%]
Referenční vzorek	prům. 433	45,4	1295,95	1334,81	8,53

Vzorek č.2 - kryogenní proces -57°C bez prodlevy, provedeno dne 17.2.2011



Označení	Tvrlost HV	Vrubová houževnatost KCU 5 [J/cm ²]	Mez kluzu Rp _{0,2} [Mpa]	Mez pevnosti Rm [Mpa]	Tažnost [%]
Vzorek č. 2	prům. 453	40,6	1362,01	1499,77	6,82

Vzorek č.3 - kryogenní proces -119°C bez prodlevy, provedeno dne 1.3.2011



Označení	Tvrdost HV	Vrubová houževnatost KCU 5 [J/cm ²]	Mez kluzu Rp _{0,2} [Mpa]	Mez pevnosti Rm [Mpa]	Tažnost [%]
Vzorek č. 3	prům. 469	41,6	1356,82	1413,54	6,92

Vzorek č.4 - kryogenní proces -120°C s prodlevou, provedeno dne 15.5.2011



Označení	Tvrdost HV	Vrubová houževnatost KCU 5 [J/cm ²]	Mez kluzu Rp _{0,2} [Mpa]	Mez pevnosti Rm [Mpa]	Tažnost [%]
Vzorek č. 4	prům. 459	35,8	1309,95	1457,01	13,53

Vzorek č.5 - kryogenní proces -120°C s prodlevou, provedeno dne 17.5.2011



Označení	Tvrdost HV	Vrubová houževnatost KCU 5 [J/cm ²]	Mez kluzu Rp _{0,2} [Mpa]	Mez pevnosti Rm [Mpa]	Tažnost [%]
Vzorek č. 5	prům. 457	37,6	1286,76	1447,56	13,85

Vzorek č. 6 - kryogenní proces -120°C s prodlevou, provedeno dne 29.6.2011



Označení	Tvrdost HV	Vrubová houževnatost KCU 5 [J/cm ²]	Mez kluzu Rp _{0,2} [Mpa]	Mez pevnosti Rm [Mpa]	Tažnost [%]
Vzorek č. 6	prům. 437	38,8	1254,13	1405,72	13,87

Vzorek č.7 - kryogenní proces -120°C s prodlevou, provedeno dne 18.7.2011



Označení	Tvrlost HV	Vrubová houževnatost KCU 5 [J/cm ²]	Mez kluzu Rp _{0,2} [Mpa]	Mez pevnosti Rm [Mpa]	Tažnost [%]
Vzorek č. 7	prům. 465	36,8	1362,63	1509,18	12,09

Vzorek č.12 - kryogenní proces -120°C s prodlevou, provedeno dne 7.9.2011



Označení	Tvrlost HV	Vrubová houževnatost KCU 5 [J/cm ²]	Mez kluzu Rp _{0,2} [Mpa]	Mez pevnosti Rm [Mpa]	Tažnost [%]
Vzorek č. 12	prům. 481	34,4	1296,84	1453,99	13,73

Společným znakem všech zkoumaných vzorků je, že základní tepelné zpracování bylo z hlediska použitých parametrů austenitizačního ohřevu a následné intenzity ochlazování provedeno bez patrných nedostatků. Výslednou strukturu lze hodnotit jako poměrně homogenní sorbit (martenzit popuštěný na vysoké teploty)

Určité rozdíly jsou patrné u vzorků č. 2, č. 3 a u referenčního vzorku. Kde lze pozorovat směry i velikost (délku) jehlic původního martenzitu. V tomto smyslu je nejvýraznější vzorek č. 3. Uvedené vzorky nesou navíc určité stopy malého procenta nedokonale rozpadlého zbytkového austenitu. Jeho množství však nyní nelze přesně určit, neboť zvětšení použitého optického mikroskopu tuto skutečnost jednoznačně nepotvrzuje. Pro stanovení přesnější hodnoty obsahu zbytkového austenitu by bylo zapotřebí použít například RTG, který je schopen rozeznat krystalickou mřížku železa γ (zbytkového austenitu), od krystalové mřížky železa α (martenzitu).

Pro důkladnější zhodnocení struktury by byl zapotřebí elektronový mikroskop TEM- se zvětšením více než 50 000x.

6.4. Diskuse a porovnání vzorků

V tomto experimentu byla porovnávána stabilita procesu, vliv časové prodlevy na teplotě zmrazení a vliv teploty kryogenního zpracování.

-Stabilita procesu:

Tento údaj byl zkoumán u vzorků, na nichž bylo provedeno stejné tepelné zpracování včetně kryogenní části. Jedná se o vzorky č. 4, č. 5, č. 6, č. 7 a č. 12.

Při pohledu do tabulky 2 je patrné, že při zpracovávání výše uvedených vzorků, byla dodržena relativně dobrá stabilita procesu. Tvrdost se od střední hodnoty (459.8 HV) liší max o 5%, vrubová houževnatost se liší od střední hodnoty (36,68 [J/cm²]) max o 6%, smluvní mez kluzu se od střední hodnoty (1302.2 [MPa]) liší max o 3%, mez pevnosti se od střední hodnoty (1454.7[MPa]) liší max o 3,5% a tažnost se od střední hodnoty (13,41[%]) liší max o 10%. Při pohledu na struktury z optického mikroskopu, jsou vzorky téměř shodné. Jejich hlavním rysem je přítomnost poměrně homogenního sorbitu.

-Vliv časové prodlevy na teplotě zmrazení:

Vliv prodlevy na výsledné vlastnosti a na strukturu zpracované součásti byl zkoumán na vzorku č. 3 bez časové prodlevy vůči skupině vzorků č. (4,5,6,7,12) s časovou prodlevou 30min.

Lze předpokládat, že časová prodleva má vliv především na výslednou homogenitu struktury zpracované součásti. Neboť dojde k maximálnímu přiblížení teplot povrchu a jádra. Tato skutečnost je patrná i z pohledu na fotografie zkoumaných vzorků. U vzorku č. 3 jsou i po zmrazení a následném dvojitěm popuštění, patrné martenzitické jehlice i jejich rozložení. Naopak na fotografiích všech vzorků ze skupiny (4,5,6,7,12) je vidět poměrně homogenní sorbit bez výrazných jehlic.

-Vliv teploty kryogenního zpracování:

Vliv teploty byl pozorován na vzorcích s odlišnou teplotou zmrazení. Jedná se o vzorek č. 2 s teplotou zmrazení -57°C a skupinu vzorků č. (4,5,6,7,12) s teplotou zmrazení -120°C .

Z naměřených mechanických vlastností je vidět, že dosažená teplota zmrazení nemá výrazný vliv na mez pevnosti a mez kluzu. Naopak vrubová houževnatost se mění v rozsahu cca 10-15%. Znatelně se však mění tažnost, vzorek č. 2 má přibližně poloviční tažnost než vzorky č. (4,5,6,7,12). Jelikož vzorek č. 2 má přibližně totožné mechanické vlastnosti jako vzorek č.3, je pravděpodobné, že rozhodujícím parametrem pro změny mechanických vlastností není snížení teploty zmrazení o polovinu ale absence časové prodlevy na teplotě zmrazení. Pro ověření této skutečnosti je nutné provést další měření. Asi nejdůležitějším údajem bude to, při jaké teplotě zmrazení dochází k výraznému nárůstu ořezuvzdornosti a co vůbec tento nárůst způsobuje.

-Porovnání referenčního vzorku a vzorků se zmrazením:

Ze všech naměřených hodnot mechanických vlastností lze konstatovat, že kryogenní tepelné zpracování výrazně neovlivňuje mez kluzu. Malé změny lze pozorovat u tvrdosti a meze pevnosti. K určitým větším změnám dochází u vrubové houževnatosti a tažnosti. Tyto změny je však třeba potvrdit dalším měřením. Výsledky provozních zkoušek z podniku Škoda Auto a.s. však potvrzují, že kryogenní zpracování má velký vliv na ořezuvzdornost. Zápustka zpracovaná kryogenním procesem má cca o 30% vyšší životnost než zápustka zpracovaná konvenčním způsobem tepelného zpracování. Měření ořezuvzdornosti však nebylo do experimentu zařazeno a bude předmětem dalšího zkoumání.

7. Závěr

V rámci bakalářské práce byl sledován vliv kryogenního tepelného zpracování na výsledné mechanické vlastnosti a strukturu nástrojové oceli EN 1.2343

- 1) Výsledky ukazují, že kryogenní tepelné zpracování výrazně neovlivňuje hodnoty mechanických vlastností.
- 2) Bylo zjištěno, že při použití stejného cyklu tepelného zpracování na více vsázek, se podařilo dodržet dobrou stabilitu procesu.
- 3) Časová prodleva na teplotě zmrazení má vliv především na strukturu zpracované součásti. Při zařazení prodlevy do cyklu tepelného zpracování je výsledná struktura homogennější.
- 4) Absence časové prodlevy na teplotě zmrazení, pravděpodobně způsobuje výraznější změny mechanických vlastností, než zvýšení teploty zmrazení z -120°C na -57°C .
- 5) Provozní testy však ukazují, že zmrazování má značný vliv na otěruvzdornost.

Vliv teploty zmrazení i prodleny na této teplotě, na výsledné mechanické vlastnosti, je potřeba ověřit větším množstvím měření.

Pro zjištění hlubších informací o mikrostruktuře zpracovaných součástí a o jevech spojených s kryogenním zpracováním, bude potřeba použít elektronový mikroskop.

Měření otěruvzdornosti a pozorování struktur na elektronovém mikroskopu bude předmětem dalšího výzkumu.

8. Použitá literatura

[1] PÍŠEK, JENÍČEK a RYŠ. *Nauka o materiálu: Nauka o kovech*. 2. zcela přeprac. a rozš. vyd. Praha: Academia, 1975, 542 s.

[2] PLUHARĚ, Jaroslav. *Nauka o materiálech*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1989, 549 s

[3] JECH, Jaroslav. *Tepelné zpracování oceli: metalografická příručka*. 4. vyd. přeprac. a doplň. Praha: SNTL, 1983, 391 s.

[4] BABOROVSKÝ. *Základy tepelného zpracování oceli: Učební text pro 1.-3. roč. odb. učilišť a učňovských škol, [obor] technologie kalíče*. 3. upr. vyd. Praha: SNTL, 1969, 239 s. Knižnice strojíř. výroby.

[5] OTA, Josef. *Kryogenní technika a její aplikace*. Vyd. 1. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2004, 184 s. ISBN 80-010-2904-2

[6] JELÍNEK, Josef a Zdeněk MÁLEK. *Kryogenní technika*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1982, 354 s.

[7] M. PELLIZZARI , A. MOLINARI; 6TH International tooling conference

-Internetové zdroje

[8] www.svanda.webz.cz/výuka; 12.4.2012

[9] www.prvky.com/42.html; 12.4.2012